Patent	Inform	ation
ratent	THIOTH	auton

	PATENT	NO.		KIND	DATE	APPLICAT	TION NO.
DAT	re						

	JP 53113036		A2	1978100	3 JP	1977-25750	19770309
<							
	JP 61000802		B4	1986011	1		
	JP 60100510		A2	1985060	4 JP	1984-205899	19841001
	JP 61021922		B4	1986052	9		

Priority Application Information

JP 1977-25750

19770309

Abstract

Porous powders are treated with coloring materials with or without metal salts to form colored, porous powders for use in cosmetic manufg. The prepns. are aerobic, moisturizing and highly compatible to skin. Thus, bentonite (0.3-1.0 .mu. diam.), butylparaben (3.7 .mu. diam.) and dimethylsiloxane (100 cP) were mixed, filtered, and then heated from 20 to 120° for the sublimation of butylparaban. The resultant product was heated at 900° for 7 h to form porous powder with diam. of 5-9 .mu.. The powder dispersed in distd. H2O was adjusted to pH 3.2 with 0.1 N NH2PO4, and to this was added 1% green color no. 3 and thoroughly stirred for 6 h to give colored porous powder. A cosmetic contains the powder 42.0, Al stearate 2.0, synthetic mica powder 20.5, spherical polyethylene 5.0, liq. paraffin 22.0, carnauba wax 1.0, activating agents 2.0 and perfumes. International Patent Classification

A61K007-00

IPC Initial Classification

A61K0007-00

A61K0007-02 [ICM,4]; A61K0007-46 [ICS,4]; C09B0067-02 [ICS,4]; C09B0067-00 [ICS,4,C*]; C09C0003-08 [ICS,4]; C09C0003-06 [ICA,4] IPC Reclassification

C09B0067-00 [I,C*]; C09B0067-02 [I,A]; C09C0003-06 [I,A]; C09C0003-06 [I,C*]; C09C0003-08 [I,A]; C09C0003-08 [I,C*] Document Type

Patent

Language

Japanese

Supplementary Indexing

```
colored porous powder cosmetic
```

IT Related Fields

Indexing

Concept Group

Concept Heading

Bentonite, biological studies

Role

BIOL (Biological study)

Text Modification

(for colored porous powders, for cosmetics)

IT Related Fields

Indexing

Concept Group

Concept Heading

Siloxanes and Silicones, uses and miscellaneous

Role

BIOL (Biological study)

Text Modification

(di-Me, for colored porous powders, for cosmetics) IT Related Fields

Indexing

Concept Group

Concept Heading

Cosmetics

Text Modification

(powders, porous, colored)

Accession Number

1979:28900 CAPLUS

Document Number

90:28900

19日本国特許庁

公開特許公報

⑩特許出願公開

昭53—113036

⑤Int. Cl.²A 61 K 7/00

識別記号

ᢒ日本分類 31 A 0 31 B 0 庁内整理番号 6770-46 6865-46 **匈公開** 昭和53年(1978)10月3日

発明の数 2 審査請求 未請求

(全 8 頁)

纽化粧料

②特

願 昭52—25750

②出 願 昭52(1977)3月9日

⑩発 明 者 堀野政章

相模原市大野台1の23の12

⑪出 願 人 ポーラ化成工業株式会社

静岡市弥生町648番地

個代 理 人 弁理士 野沢睦秋

EE #EE 1

1. 発明の名称

化 粧 料

2. 特許請求の範囲

- 1. 多孔性粉体と色素類とをイオン交換反応せし めてなる着色多孔性粉体を化粧料成分に配合す ることを特徴とする化粧料。
- 2. 多孔性粉体と色素類とをイオン交換せしめると共に多価金属塩の水溶液を添加し、多価金属イオンを媒体として多孔性粉体と色素類とを結合せしめてなる着色多孔性粉体を化粧料成分に配合することを特徴とする化粧料。

3.発明の詳細な説明

本発明は内芯核物質を含有しあるいは含有せ ざる多孔性粉体に色素類を結合せしめた 1~100 μ 程度の着色多孔性粉体を 2 ~85 重量 9 配合し た新規な化粧料に関するもので、保香性、保湿性、 通気性、 感触性に優れ、 肌に負担をかけずにしっとりとし滑らかな且密溶性に優れた化粧料を提供せんとするものである。

特開昭53-113036(2)

構造をなした鉱物は層間の結合が弱く完全な劈 開が発達しているため滑り感を与え、弾性に言 んでいるが、選にとれを製造充填する場合、充 現性を欠いているため、 製造上のトラブルのー つの原因となつている。また二階構造の粉体は 劈開性の優れたものは低く一部にすぎないと共 に、結晶が不定形を有し、粉体の有する撓曲性。 結晶形の緻密性面から最密充填構造をとりにく く、充填性に劣ると同時に滑り感において満足 しりるものを得ることはできない。一万,天然 鉱物には水分や不純物の存在や生成条件に対し 影響を受ける敏感性のものと影響を受けない非 敏感性とがある。結晶構造内の水分は自由水。 付着水、吸着水、結合水とがあるが、自由水、 付着水、吸着水は外的条件により容易に脱着。 付着又は吸着するものであり、結合水は脱着す

ると結晶構造に変化を来たすものである。以上 の事から理解されるように天然鉱物は、本来、 保湿性の低いものが殆んどである。との様に樽 造面から捉えると、 天然鉱物が水分。 香料との 保持性が低く、わずかの経時で香料の匂いが弱 くなる欠点を有していることが立証される。ま た,天然鉱物は一層,二層成いは三層構造を示 しているのが殆んどであるがそれらは多孔性を 有しないため、通気性に乏しく、例えば化粧料 に配合して皮膚に塗布したとき,皮膚呼吸を阻 害しやすく,皮膚に負担をかける原因となつて いるのである。本発明者等は鋭意研究努力の結 **糸,上記の如き欠点のない本発明を得たのであ B** •

次に本発明の骨子を説明すると, 本発明は先 に本顧特許出願人が出願した特顧昭 51-88795

号による多孔性粉体と色素類とをイオン交換反 応せしめるか、あるいは斯るイオン交換反応せ しめたものに多価金属塩の水溶液を添加し、多 価金属イオンを媒体として多孔性粉体と色素類 とを結合せしめてなる着色多孔性粉体を化粧料 成分に配合せしめた化粧料に関するものである。

本発明に適用される多孔性粉体の被覆物質を 構成する天然鉱物の平均粒径は1~50 4 程度の ものであり、とれらを一種または二種以上混合 して用いるものである。天然鉱物の概要は次の 表の通りであり、陽イオン交換能が20~500ミ り当負のものが好適するものである。

	具 体 例
無水珪酸化合物(ジリカ)	石英,建石,建砂,建模土等
無水アルミナ珪酸化合物 (シリナマイト族)	・ 建線石。紅柱石,藍晶石,ムル石等
合水アルミナ珪酸化合物	
1) カオリン族粘土鉱物	カオリン, カオリオナイト, ナクライト, デツカイト, ハロイサイト, メタハロイ サイト, パテライト寄
2) モンモリロナイト族 粘土鉱物	モンモリロナイト、パイデライト、ノントロナイト、サポナイト、フーラー土、ベントナイト、ゼオライト等
3) イライト族粘土鉱物	セリサイト、パイロフライト、ヘクトラ イト、パーミキユライト、ブラペサイト 城石、イライト、乗ロウ石号
カリアルミナ珪酸化合物	カリ長石物
ソーダアルミナ珪酸化合物	ソーダ長石。硬玉、ネフエライト等
リチウムアルミナ 球酸化合物	黒幼蝉石、葉長石、純角石、ベタライト、アングリゴン石等
マグネジウムアルミナ珪 酸化合物	蓋青石。アルミナ柘榴石。 姫石 寺
マグネシウム 珪酸化合物	滑石,绿泥石,海緑石寺

白雲母、絹霊母、紅裳母、合成雲母、金雲母、リチア雲母(銅雲母)、 ソーダ霊母、チンワルト雲母、ハロ イドマイカあるいはそれらの安成し たもの

特開昭53-113036(3) チーライト、メニ石等で加熱によつて揮発成分 を失ない容易にムライトに移化し体機を収縮す る鉱物であり、加熱によつて膨張する真球石。 黒煙石、松脂石等は好ましくない。 揮発性物質 としては平均粒径1~50mのものが好ましく。 メントール、カンフル、メチルパラベン、エチ ルパラベン, ブロビルパラベン, ブチルパラベ ン, ナフタリン, イオウソルピン酸, デヒドロ 醋酸,安息香酸,サリチル酸,ケイ皮酸,パラ クロル安息香酸,パラオキシ安息香酸等であり。 燃焼性物質としてはナイロン,ポリスチレン, テフロン,ポリエチレン,ポリプロピレン,ポ リオレフイン,デルリン,ジスチルベンセンビ ンホールポリマー、ペンソクアナミンバウダー 等の合成樹脂あるいはこれらの共重合体,また

は澱粉,炭素,イオウ等で球体または多孔性球

体が好ましい。

1~6:4であり好ましくは、8.3:1.7 であ る。不活性溶媒としてはシリコーンオイル,ポ リプラン、ポリオキシエチレントール油誘導体 等である。とれらの不活性溶媒において,常温, 好ましくは 700~ 760 mm Hg 程度の 放圧下で強力 に攪拌すると被覆物質と内芯核物質が不活性溶 媒で包囲され物理的に合一化し、それらを吸引 严過すると内芯核物質を含有する有芯多孔性粉 体を得ることができる。この粉体を取出して後、 酸化気流中で50~1500で 程度で1~24時間程 度焼成すると被獲物質と内芯核物質とは互いに 強固に結磨し、容易に破砕しない粉体となり、 内芯核物質が揮発性物質の場合は焼成時に揮発 して中空多孔性粉体となる。又内芯核物質が金 異炭酸化合物の場合は濃度 1~20重量 5程度の 塩酸、硝酸、硫酸等の酸胺で洗浄して内芯核物

質を溶解して中空多孔性粉体とするものである。 また内芯核物質が燃焼性物質、特に合成樹脂の 場合は、被覆物質と内芯核物質とを7:3~3 : 7の割合で遠心ポールミルの攪拌粉砕機内で 1~24時間摩擦混合すると被覆物質のみが摩砕 されて更にこれを数細化すると同時に内状核物 質は摩擦によつて帯電し、その表面に敬細化し た被覆物質が単粒子または凝集体として付着す る。次でこの内芯核物質を有する有芯多孔性粉 体を取出し、酸化気流、常圧下で150~1600 で間で徐々に昇温加熱すると、内芯核物質は燃 焼すると共に被覆物質を構成する粉体同志が強 固に結漕して容易に破砕しない中空多孔性粉体 となる。内芯核物質として水以外の揮発性成分 を含有する無水アルミナ珪酸化合物の場合は前 配の如き酸処理、燃焼処理を行なりととによつ

本発明に適用される有芯多孔性粉体、中空多孔性粉体は電子顕微鏡観察(略)によると、微細な被覆物質である天然鉱物が粒径1~50 # 程度の球状、楕円球状に近い形状で互いに貼り合さった集合体であり、各被優物質間に大小の空隙と内芯の空隙と内での空隙と内での空隙と内での空隙といる。要層部は被覆物質の永久収縮、一部結晶質への転化等により強い膜体を形成し、強度の優れた粉末である。

て体積を収縮させて半中空多孔性粉体となる。

本祭明に通用される色素類としては酸性染料。 天然色素、塩基性染料であり、酸性染料として は赤色2号、赤色3号、黄色4号、黄色5号、 緑色3号、青色1号、青色2号、赤色227号、 赤色203-1号、赤色203-2号、赤色232号、

てはオーラミン、ペーシャクイエロー、ブリリ

アントイエロー14、ペーシックオレンジ2、ペーシックオレンジ14、ペーシックオレンジ22、ペーシックレッド12、ブリリアントレッド14、ペーシックレッド36、ペーシックレッド37、クリスタルバイオレット3、クリスタルバイオレット5、ペーシックブルー1、ペーシックブルー5、ペーシックブルー21、ペーシックブレーン4等であり、これらの一種または二種以上混合して使用するものである。

また、本発明に適用される水溶性多価金属化合物としては過移元素系のマグネシウム、カルシウム、バリウム、亜鉛、錫、鉄、ジルコニウム、アンチモン、モリンデン、ストロンチューム、アルミニウム等の硝酸塩、硫酸塩、塩化物

特開昭53-113036(5)

等であるが、吸着能力の大きいカルシウム、アルミニウム、バリウム、ジルコニウム等の硝酸塩、硫酸塩、塩化物等が通常使用に適し好ましいものである。

次に本発明適用される漕色多孔性粉体の製法の骨子を説明する。

多孔性粉体 100 部を 200 ~ 500 部の精製水化分数し、複衝液によつて PH 2~7.5 とし、これに色素類 0.1~1 部を含有する色素水溶液 50~100部を攪拌しながら徐々に添加して PH 2~7.5 とし、10~ 50 でに於て10分~ 2 時間攪拌して後 1~12 時間静置して多孔性粉体と色素類とをイオン交換反応せしめて結合させて後上澄液が透明になるまでデカンテーションを行ない戸過し、以充又は40~80 でで乾燥して着色多孔性粉体とするかデカンテーションの代りに遠心分離機を

用いて上殻族が透明になるまで処理し風乾又は 40~80 ℃で乾燥して着色多孔性粉体とするもの である。また多孔性粉体と色素類とをイォン交 換反応せしめ後0.1~10 重量 多の多価金属塩水溶 液50~500 部を提拌しながら添加し、更に20 分 ~12 時間攪拌して後、前記の如く処理して着色 多孔性粉体とする。

本発明に適用される着色多孔性粉体は単に多孔性粉体の表面に色素類を附着したものではなく色素類を含没した極めて薄い多孔性微細壁膜からなるもので、それらが一体となつて挙動するものであると共に多孔性粉体の構成成分が無機物質であるから耐熱性、耐光性に優れている。特に多価金属塩処理施した場合更に耐光性を向上するととができるものである。

また、本発明に適用される着色多孔性粉体は

見けの比重が軽く、溶媒との親和性があり、そのため混合系では非沈降性を有するものであり、単一体として挙動し、分散性に優れていると共に粉体として利用した場合、従来の粉体にないしつとりとした感触を与え、感触のなめらかさ、密着性のよいものが提供できるのである。また、容器へ充填した場合、最密充填構造をつくりやすく、バッキング性にも優れているものである。

さらに本発明に適用される着色多孔性粉体は 皮膚刺激性、毒性は全くなく、健康肌の女性102 名の前膊部に於ける貼布試験においても24時間、 72時間後の判定で何等の異常も認められなかつ た。斯る粉体を配合した化粧料は肌に負担をか けずにしつとりとし滑らかな且つ密着性が優れ、 しかも保香力があり長時間に亘つて芳香を発し すぐれた化粧効果を有するものであると共に充 製性を大きく向上させるものである。尚,本発明に適用される多孔性粉体は被覆物質と内芯核物質との結合時に於ける両者の割合を変化させることによつて粒径,被覆物質層の強度を自由に調整することのできるものである。

次に調香師 10 名による保香性の官能試験結果を示す。

試料A: 潜色中空多孔性粉体を65重量多含有する ブレストパウダーに香料レモンを0.6重量 多賦香

試科B:通常の天然鉱物微粉末を65重量を含有するプレストパウダーに資料レモンを0.6重量を試費

(1) 常温評価(20~25℃)

試料	1 夕月	3ヶ月	6ヶ月	1年	1.5年	3年
.A.	_	_	_	-	±	+ :
В	-	+	+	#	##	##1

(2) 40℃評価

試料	1ヶ月	3ヶ月	6 ケ月
A	±	+	#
В	#	##	411

注、一は揮発強度を示す。(一なし、+あり) 次に本発明に適用さえる多孔性粉体と着色多 孔性粉体の製造例を示す。

製造例 1.

粒径 3 ~ 8 μの黒雲母 12.5 g と粒径 2 ~ 5 μ
のセリサイト 100 g とを 100 cps のジメチルシロキサン 630 g 中に攪拌しながら徐々に添加し、2 時間常温で撹拌して後取出し、吸引アスピレータで評遇し、850 ℃で 5 時間焼成し、急冷して粒径 5 ~ 14 μの 6 花 多 孔 性 粉 体 100 g を 得 た。

除に添加し、常温で60分間攪拌して後取出し、 吸引アスピレータで吸引評過し、電気炉内で20 でより130でまで5時間で昇温して内芯核物質 であるプチルパラペンを昇離させ、更に900で で7時間の焼成を行つて粒径5~9 4 の中空多 孔性粉体100 9 を得た。

製造例 5.

平均粒径 5 μのジスチルペンゼンビンホールポリマー71 g と平均粒径 2 μのカオリン 107 g とを遠心回転型ボールミルに投入し、15時間混合摩砕して後取出し、700 でまで 1 時間 50 での割合で昇温し、800 でで 2 時間保持して内芯核物質であるジスチルペンゼンビンホールポリマーを燃焼除去し、その後 1000 でに於て 3 時間焼成し、冷却して平均粒径 5 μの中空多孔性粉体100 g を得た。

製造例 2.

粒径 2 ~ 8 μの炭酸マグネシウム 27 g と粒径 1 ~ 3 μのカリ 長石 82 g とを精製水 2500 配中に分散し、アジテータで 1 時間機搾して後取り出して吸引アスピレータで吸引炉過し、950 でで10 時間焼成し、粒径 6 ~ 15 μの有芯多孔性粉体 100 g を得た。

製造例 3.

製造例 2 による有芯多孔性粉体 210 9 を 5 % の塩酸 500 配中に 5 時間浸渍して後取出し吸引アスピレーダで吸引炉過し乾燥して中空多孔性粉末を得た。

製造例 4.

粒径0.3~1.0μのペントナイト 118 g と粒径 3 ~7μのブチルパラペン 118 g とを 100 cps の ジメチルシロギサン 5900 g 中に提拌しながら徐

製造例 6.

粒径 2 ~ 5 μのカオリオナイト 37.5 g と粒径 3 ~ 5 μの建築土 37.5 g と粒径 8 ~ 10 μの炭酸カルシウム 25 g と粒径 5 ~ 9 μの炭酸マグネシウム g とを精製水 1300 ml中に分散し、アジターで2 時間提拌して後取出し吸引アスピレータで吸引严遏し、1000℃で12 時間焼成し粒径 9 ~ 18 μの 有芯多孔性粉体 100 g を得た。

製造例 7.

校径 1 ~ 2 μのペントナイト 54 g と校径 3 ~ 5 μの白雲母 54 g と校径 5 ~ 7 μのメチルパラペン 54 g と校径 6 ~ 9 μの 澱粉 54 g とを精製水700 延中に分散せしめアジターで 3 時間攪拌して後吸引アスピレータで吸引評過し、電気炉内で室温より 300 でまで 5 時間で昇温して内芯核

特開昭53-113036(7)

物質であるメチルパラベンを昇華すると共に酸 粉を燃焼し、更に 1000 で で 8 時間の焼成を行 なつて粒径 7 ~15 μ の中空多孔性粉体 100 g を 得た。

製造例 8.

製造例 5 による中空多孔性粉体 100 9 を 40 での精製水 500 配に分散し、観衝液を注入し、10 分間境神し PH 40 に調整し、2 重量 5 青色 1 号の染料水溶液 100 配を境神しながら徐々に添加し、1 時間境神して後静止し、上澄液を除去し、デカンテーション 戸過を上澄液 と戸巡液とが透明になるまで繰返し、沈澱物を分取し、風乾して 99.4 9 の青色中空 9 孔性粉体を 40 た。

製造例 9.

製造例 6 による有芯多孔性粉体 100 gを20 ℃の精製水 500 ㎡に分散し、緩衝液を注入し、60

分間攪拌し、PH 5.6 に調整し、1 重量 8 カルサミン水溶液 200 配を攪拌しながら除々に添加し、1 時間攪拌し、更に2 重量 8 塩化アルミニウム水溶液 100 配を添加し、30分間攪拌して後、上澄液を除去し、上澄液が透明になるまで水洗、沪過を練返して後沈殿を分取し、40 ℃のオーブンで乾燥し、99 8 の赤色有芯多孔性粉体を得た。製造例 10.

製造例 5 の中空多孔性粉体 100 9 を精製水400 配に分散せしめ 0.1 Nクエン酸ナトリウムと0.1 N リン酸水素ナトリウムの緩衝液により PH 6.4 と し、これに青色 1 号の0.1 多溶液を70 配添加する。 その後攪拌しながら加温し、45 C で更に 30 分間 攪拌を続け、1 昼夜常温において静置する。イ オン交換反応の終了した試料を上澄液が透明に なるまでデカンテーションと严適を繰起し、風

乾して96分の青色中空多孔性粉体を得た。

製造例 11.

製造例 4 の中空多孔性粉体 100 g を精製水300 mlに分散せしめ 0.1 N のコハク酸と 0.1 N リン酸二水 案ナトリウムの緩衝液により PH 3.2 とし、これに 1 多の緑色 3 号溶液を 300 ml添加する。
その後 提押しながら加温し、40 ℃ 迄加温し 1 時間更に、提押を続け 6 時間常温において静置する。その後、デカンテーションと評過を繰返し上澄液が透明になるまで行い評過した 以科を風乾して98 g の緑色中空多孔性粉体を得た。

この粉体を 5 多の塩化アルミニウム溶液に添加し、30分間攪拌し静電すると下部に着色の濃緑色の98 8 の中空多孔性粉体を得た。

次に本発明の実施例を示す、配合割合は重量 部である。

実施例 1. ダスティングパウダー

	/製造例8による粉体	6 0.5				
A	デキストラン	2 0.0				
	/製造例 8 による粉体 デキストラン アプセル タルク	2. 0				
;	9 ~ 9	1 2.0				
В	B (スクワラン 香 料					
	香 料	1. 5				

実施例 2. 油性ファンデーション

製	造	Ħ	9	K	ı	る	粉	体	2	0.	0	
*	y	ታ	5	1	١					5.	0	
Ł	V	ッ	v							3.	0	
7	ŧ	IJ	v							5.	0	
括	徃	剤								3.	0	
z	1	ワ	5	v					6	3.	5	•
R	u	т				•				_	-	

特開昭53-113036(8)

1.0

製法:上配の各成分を溶解管で80℃で完全溶解、分散を行なつで後80℃に保持して

ゆつくり攪拌したがら容器に充塡し、

放冷して製品とする。

実施例 3. アィライナー

A 酢酸ビニルエマルジョン樹脂 A 可 塑 割	5 0.0
~ り 一型 一般	1. 5
B 製造例10による粉体	3 3.0
育製水	1 4.0
C 精 製 水 エチルアルコール	1. 5

製法: Aをライカイ機で30分間攪拌し、充分 に分散して後Bを添加しベースト状と なるまで更に30分間攪拌し、次でCを 添加し20分間攪拌して後容器に充填し て製品とする。

	- 20	造	例	11	K	ı	る	8 ∂	体				4	2. 0	
A	7	ŕ	7	ij	ン	酸	7	n	:	=	ゥ	٨		2. 0	
•	製ス合就	戌	囊	#	粉	末							2	0. 5	
	球	状	ボ	y	I	F	レ	ン						5. 0	
	广航	動	バ	ī	フ	1	ン						2	2. 0	
В	がカ括	r	ナ	バ										1. 0	
	人括	性	割											2. 0	
2	-														

製法:Aをヘンシェルミキサーで2分間混合し、取り出し粉砕機で混合粉砕した粉体を容量50のニーダーで機件しながら、80℃に溶解しているBを徐々に添加し、30分間混練して後Cを添加し更に10分間混練して後取り出し成型機で成形し、容器に充填して製品とする。